



PatentWeb  
Home



Edit  
Search



Return to  
Patent List



Previous  
Patent



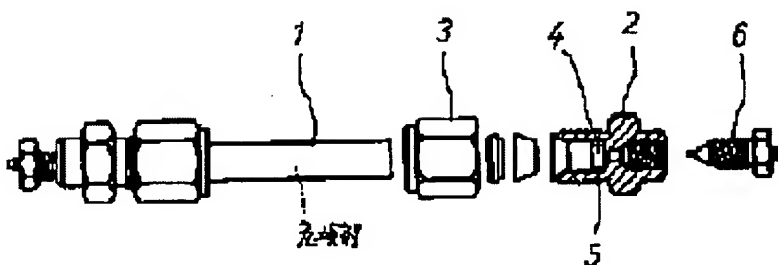
Next  
Patent



Help

☒ Include in patent order

## MicroPatent® Worldwide PatSearch: Record 16 of 36



Family Lookup

**JP07260763**

**COLUMN FOR HIGH-SPEED CHROMATOGRAPHY**

NGK INSULATORS LTD

**Inventor(s):** ;TAKEUCHI HIDEKI ;MAJIMA TAKESHI ;YAMADA KAZUNARI ;YAMADA SAICHI

**Application No.** 06055824 , **Filed** 19940325 , **Published** 19951013

### Abstract:

**PURPOSE:** To obtain a column, wherein clogging is hard to occur and liquid can be made to pass for a long time at a low pressure, by using a stainless-steel- fiber sintered film as the end-fitting filter of the main body of the column containing a filler.

**CONSTITUTION:** In the inside of an end-fitting 2, which is connected to a pipe- shaped column main body 1 containing a filler in the inside, a fiber sintered filter 4, which is obtained by laminating and sintering stainless steel fibers, is provided as an end-fitting filter. A teflon seal 5 is provided around the filter 4. The filter 4 is constituted so that the filter is in tight contact with the inside of the end fitting 2. The foreign matters such as rubbish, dust and the like supplied through a plug 6 are filtered, and the intrusion of the foreign matters into the column main body 1 is

prevented. The filter 4 is formed by sintering the stainless-steel short fibers having the fiber diameter of about 5-20 $\mu$  m and setting the voids at 40-90%. The strength is kept by holding the filter with the metal net of the stainless steel which is larger than the sintered body.

**Int'l Class:** G01N03060

**MicroPatent Reference Number:** 002332731

**COPYRIGHT:** (C) 1995 JPO



PatentWeb  
Home



Edit  
Search



Return to  
Patent List



Previous  
Patent



Next  
Patent



Help

---

For further information, please contact:  
[Technical Support](#) | [Billing](#) | [Sales](#) | [General Information](#)

**\* NOTICES \***

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] this invention relates to the column for high performance chromatographies used for various chromatographies, such as ion exchange chromatography, a canal nature chromatography, a gel-filtration chromatography, and affinity chromatography, separation, refining of protein or a peptide, etc.

[0002]

[Description of the Prior Art] That to which the fitting filter was combined with the column main part which consists of stainless steel which contained the bulking agent inside as a column for high performance chromatographies used for the above purpose in order to remove impurity, such as dust and dust, is common. And as this end fitting filter, the sintering filter which carried out uniform sintering of the stainless steel powder has been used. While excelling in intensity or chemicals-proof nature and being able to reproduce a column by NaOH, it excels also in pressure resistance, and this sintering filter is 100 kg/cm<sup>2</sup>. There is an advantage which bears a pressure.

[0003] However, since such a stainless steel powder sintering filter has voidage as small as about 30%, it has the fault of being easy to carry out blinding. for this reason -- the case of a plasma protein so that separation and refining may be performed -- 0.45 micrometers although the sample is dipped in the column for high performance chromatographies after boiling preparatorily the fibrinogen and lipid which are glycoprotein unenthusiastically using a filter -- still -- the inside of a short time -- a stainless steel powder sintering filter -- blinding -- carrying out -- pressure loss -- going up -- 100 kg/cm<sup>2</sup> It must stop having had to apply the above high pressure, and use was impossible. Moreover, there was a trouble that pressure loss was large, also in the state where blinding has not been carried out.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] this invention solves the above-mentioned conventional trouble, and it is made in order to offer the column for high performance chromatographies which can be dipped by the low voltage force for a long time that it is hard to produce blinding.

[0005]

[Means for Solving the Problem] this invention made in order to solve the above-mentioned technical problem is characterized by using the fiber sintering filter which carried out the laminating of the stainless steel fiber, and sintered it as an end fitting filter of the column main part with which the bulking agent was contained. In addition, in order

to raise intensity, what is crowded on both sides of the wire gauze in the fiber sintering filter is desirable.

[0006]

[Function] Since the fiber sintering filter which carried out the laminating of the stainless steel staple fiber, and carried out sintering compression molding of it as an end fitting filter was used for the column for high performance chromatographies of this invention, it can prevent that filter impurity, such as dust and dust, and impurity invades into a column main part. And even if this fiber sintering filter charges a direct sample in a column, without being hard to produce blinding as shown in an example, and giving preliminary filtration like before, separation and refining are possible for it, without producing blinding and a pressure buildup. If it becomes it easy to produce blinding that the voidage of a fiber sintering filter is less than 40% and voidage exceeds 90%, although it will put at a wire gauze, since it cannot bear in intensity but is crushed, it becomes impossible in addition, to use it as a column for high performance chromatographies.

[0007]

[Example] The example of illustration explains this invention still in detail below.

Drawing 1 shows the compression type column for high performance chromatographies, and the pipe-like column main part with which, as for 1, the bulking agent was contained inside, and 2 are end fitting connected to the column main part 1 by the nut 3. The fiber sintering filter 4 which carried out the laminating of the stainless steel fiber as a fitting filter, and sintered it is formed in the interior of this end fitting 2.

[0008] This fiber sintering filter 4 is constituted so that the circumference may be equipped with the Teflon seal 5 and it may stick to the interior of fitting 2. And impurity, such as dust in the sample supplied through a plug 6 and dust, was filtered, and it has prevented that impurity invades into the column main part 1.

[0009] The sintering wire gauze filter 4 sinters a stainless steel staple fiber, makes voidage 40 - 90%, and shows the structure notionally to drawing 2. A fiber diameter carries out the laminating of the stainless steel staple fiber which is about 5-20 micrometers, carries out sintering compression molding in a hot controlled atmosphere, puts the sintered compact at the wire gauze of stainless steel with a coarse eye by the large diameter more, and has given intensity.

[0010] It has the outstanding features, like since stainless steel fiber is sintered, this fiber sintering filter 4 has few line pieces, and as compared with the filter of that a stable filtration precision is acquired, that big pressure resistance is acquired, excelling in chemicals-proof nature, and other structures, it is hard to produce blinding, and can reproduce easily by washing. And since stainless steel cannot adsorb protein easily, it is hard to produce blinding also from this meaning. Therefore, separation and refining are possible for the column for high performance chromatographies of this invention over a long time, without the fiber sintering filter 4 carrying out blinding, even if it charges a direct sample in a column.

[0011] Drawing 3 shows the example of the column for low voltage, the column main part 1 is constituted by the glass tube, and the fiber sintering filter 4 shown in drawing 4 is formed in the ends side of a bulking agent as an end fitting filter. The filter of drawing 4 also equips the circumference with the Teflon seal 5.

[0012] Drawing 5 shows other examples of the column for low voltage, the column main part 1 is a product made from plastics, and the fiber sintering filter 4 is too formed in the

ends side of a bulking agent as an end fitting filter. The column of drawing 5 is fitted in and used for the column main part 1 in the cap 7 made from plastics.

[0013] Drawing 6 is a graph which shows the result which tested the use life about the column for high performance chromatographies which used various kinds of filters as the end fitting filter. the diameter of a filter -- each -- 2.54mm and a surface area -- 0.05cm in 3mm in 2 and thickness, and a filtration aperture -- 5 micrometers it is . Ascites was passed by the flow rate of per minute 10 mL in this column, and the relation between the amount of ascites transparency of a column and the augend of a pressure loss was plotted.

[0014] Consequently, even if, as for the column which used the fiber sintering filter 4 shown with a circle [ white ], the amount of ascites transparency was set to 5mL(s), the increase in a pressure loss was small, and when especially voidage was made into 60%, the increase in a pressure loss was zero. Moreover, when it is 1 kg/cm<sup>2</sup> and, as for the increase in a pressure loss [ in / 5mL(s) / what / made voidage 50% / in the amount of ascites transparency ], voidage is made into 40%, although the increase in a pressure loss / in / 5mL(s) / in the amount of ascites transparency ] went up to 8 kg/cm<sup>2</sup>, it turns out that it is fully conventionally effective compared with elegance. A bird clapper is known that it is hard to carry out blinding by making voidage of the fiber sintering filter 4 into 40% or more also from this data compared with elegance conventionally. in addition, other filters all have the far large increase in a pressure loss as compared with this invention, and, as for the sintering filter (black dot) which carried out uniform sintering of the stainless steel powder which made the conventional technology and was shown, it turns out that the increase in a pressure loss already reaches [ the amount of ascites transparency ] 10 kg/cm<sup>2</sup> in 3.5mL(s)

[0015] Drawing 7 is a graph which shows the result which tested correlation of the flow rate and pressure loss about the stainless steel powder sintering filter and stainless steel fiber sintering filter which were shown as conventional technology. The operating condition was the same as that of drawing 6 , and the voidage of a stainless steel fiber sintering filter was 60% of thing. consequently, the powder sintering filter of the conventional technology shown with a circle [ white ] compared with the stainless steel fiber sintering filter shown by the black dot -- pressure loss -- 1.6 twice -- it turns out that it is large

[0016] drawing 8 -- \*\* stainless steel powder sintering filter and \*\* stainless steel fiber sintering filter (60% of voidage) \*\*\*\*\* -- it is the graph which plotted the pressure loss which went up by repeating the experiment of sample 1mL processing and conducting it Each filter was attached in the affinity chromatography column, and the experiment of plasma sample 1mL processing was repeated, and was conducted. Consequently, this invention article was able to be used to being conventionally unrefined to use impotentia by 5 times to 20 times which is the 4 times as many life as this.

[0017]

[Effect of the Invention] As explained above, since the fiber sintering filter which carried out the laminating of the stainless steel fiber, carried out sintering compression molding of it as an end fitting filter, and made voidage 40 - 90% was used for the column for high performance chromatographies of this invention, it is hard to produce blinding and it has the advantage which can be dipped by the low voltage force for a long time.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-260763

(43) 公開日 平成7年(1995)10月13日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

G 0 1 N 30/60

識別記号

庁内整理番号

B

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平6-55824

(22) 出願日 平成6年(1994)3月25日

(71) 出願人 000004064

日本碍子株式会社

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号

(72) 発明者 竹内 英樹

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内

(72) 発明者 馬島 剛

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内

(72) 発明者 山田 和成

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内

(74) 代理人 弁理士 名嶋 明郎 (外2名)

最終頁に続く

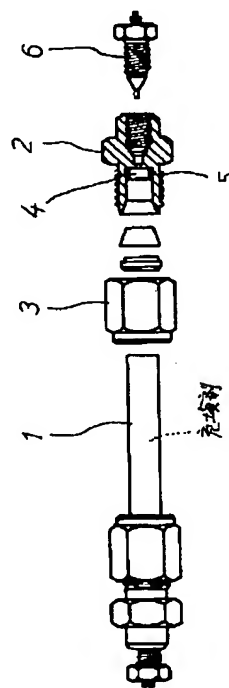
(54) 【発明の名称】 高速液体クロマトグラフィー用カラム

(57) 【要約】

【目的】 目詰まりが生じにくく、低圧力で長時間通液することができる高速液体クロマトグラフィー用カラムを提供する。

【構成】 カラム本体1のエンドフィッティングフィルタとして、ステンレス鋼繊維を積層しそれを焼結圧縮成形して空隙率を40～90%とした繊維焼結フィルタ4を用いる。

【効果】 従来品に比較して目詰まりしにくく、また再生も容易である。



1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 充填剤が収納されたカラム本体のエンドフィッティングフィルタとして、ステンレス鋼繊維を積層しそれを焼結した繊維焼結フィルタを用いたことを特徴とする高速液体クロマトグラフィー用カラム。

【請求項2】 ステンレス鋼繊維の繊維直径が5~20 $\mu$ m、空隙率が40~90%である請求項1に記載の高速液体クロマトグラフィー用カラム。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、イオン交換クロマトグラフィー、疎水性クロマトグラフィー、ゲルろ過クロマトグラフィー、アフィニティクロマトグラフィー等の各種クロマトグラフィーや、蛋白質またはペプチドの分離・精製等に使用される高速液体クロマトグラフィー用カラムに関するものである。

【0002】

【従来の技術】上記のような目的で使用される高速液体クロマトグラフィー用カラムとしては、内部に充填剤を収納したステンレス等からなるカラム本体に、ゴミ、ほこり等の夾雑物を除去するためのエンドフィッティングフィルタを組み合わせたものが一般的である。そしてこのエンドフィッティングフィルタとしては、ステンレス鋼粉末を均一焼結した焼結フィルタが用いられてきた。この焼結フィルタは強度や耐化学薬品性に優れ、NaOHでカラムの再生を行うことができるとともに、耐圧性にも優れており、100kg/cm<sup>2</sup>の圧力に耐える利点がある。

【0003】ところがこのようなステンレス鋼粉末焼結フィルタは空隙率が30%程度と小さいために目詰まりしやすいという欠点がある。このため、例えば血漿蛋白質の分離・精製を行うような場合には、0.45 $\mu$ mのフィルタを用いて糖蛋白であるフィブリノーゲンや脂質を予備的にろ過したうえでサンプルを高速液体クロマトグラフィー用カラムに通液しているが、それでも短時間のうちにステンレス鋼粉末焼結フィルタが目詰まりして圧力損失が上昇し、100kg/cm<sup>2</sup>以上の高圧を加えなければならなくなって使用不能となっていた。また目詰まりしていない状態でも圧力損失が大きいという問題点があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記した従来の問題点を解決し、目詰まりが生じにくく低圧力で長時間通液することができる高速液体クロマトグラフィー用カラムを提供するためになされたものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】上記の課題を解決するためになされた本発明は、充填剤が収納されたカラム本体のエンドフィッティングフィルタとして、ステンレス鋼繊維を積層しそれを焼結した繊維焼結フィルタを用いたことを特徴とするものである。なお、強度を高めるために繊維焼結フィルタに金網を挟みこんでおくことが好ま

2

しい。

【0006】

【作用】本発明の高速液体クロマトグラフィー用カラムは、エンドフィッティングフィルタとして、ステンレス鋼短繊維を積層し、それを焼結圧縮成型した繊維焼結フィルタを用いたので、ゴミ、ほこり等の夾雑物をろ過してカラム本体に夾雑物が侵入することを防止することができる。しかもこの繊維焼結フィルタは実施例に示すように目詰まりを生じにくく、従来のような予備的なろ過を施すことなく直接サンプルをカラムにチャージしても、目詰まりや圧力上昇を生ずることなく分離・精製が可能である。なお、繊維焼結フィルタの空隙率が40%未満であると目詰まりが生じ易くなり、空隙率が90%を超えると金網で挟み込んでも強度的に耐えられずつぶれてしまうため、高速液体クロマトグラフィー用カラムとしては使用できなくなる。

【0007】

【実施例】以下に本発明を図示の実施例によって更に詳細に説明する。図1はコンプレッションタイプ的高速液体クロマトグラフィー用カラムを示すもので、1は内部に充填剤が収納されたパイプ状のカラム本体、2はナット3によってカラム本体1に接続されるエンドフィッティングである。このエンドフィッティング2の内部には、エンドフィッティングフィルタとしてステンレス鋼繊維を積層しそれを焼結した繊維焼結フィルタ4が設けられている。

【0008】この繊維焼結フィルタ4はその周囲にテフロンシール5を備え、エンドフィッティング2の内部に密着するように構成されている。そしてプラグ6を通じて供給されるサンプル中のゴミ、ほこり等の夾雑物をろ過し、カラム本体1に夾雑物が侵入することを防止している。

【0009】焼結金網フィルタ4はステンレス鋼短繊維を焼結して空隙率を40~90%としたものであり、図2にその構造を概念的に示す。繊維直径が5~20 $\mu$ m程度のステンレス鋼短繊維を積層し、高温の制御雰囲気の中で焼結圧縮成形し、その焼結体をより太径で目の粗いステンレス鋼の金網で挟み込んで強度を持たせてある。

【0010】この繊維焼結フィルタ4はステンレス鋼繊維どうしが焼結されているために線切れが少なく、安定したろ過精度が得られること、大きな耐圧性が得られること、耐化学薬品性に優れること、そして他の構造のフィルタに比較して目詰まりが生じにくく、また洗浄により容易に再生できること等の優れた特徴を持っている。しかもステンレスは蛋白を吸着しにくいので、この意味からも目詰まりが生じにくいものである。従って本発明の高速液体クロマトグラフィー用カラムは、直接サンプルをカラムにチャージしても繊維焼結フィルタ4が目詰まりすることなく、長時間にわたり分離・精製が可能である。

3

【0011】図3は低圧用カラムの実施例を示すもので、カラム本体1はガラスチューブにより構成されており、充填剤の両端面にエンドフィッティングフィルタとして、図4に示す繊維焼結フィルタ4が設けられている。図4のフィルタも周囲にテフロンシール5を備えている。

【0012】図5は低圧用カラムの他の実施例を示すもので、カラム本体1はプラスチック製であり、やはり充填剤の両端面にエンドフィッティングフィルタとして繊維焼結フィルタ4が設けられている。図5のカラムはカラム本体1にプラスチック製のキャップ7を嵌合して使用される。

【0013】図6は各種のフィルタをエンドフィッティングフィルタとした高速液体クロマトグラフィー用カラムについて、その使用寿命をテストした結果を示すグラフである。フィルタの直径はいずれも2.54mm、表面積は0.05cm<sup>2</sup>、厚さ3mm、ろ過孔径は5μmである。このカラムに腹水を毎分10mLの流量で流し、カラムの腹水透過量と圧損の増加量との関係をプロットした。

【0014】その結果、白丸で示した繊維焼結フィルタ4を使用したカラムは腹水透過量が5mLとなっても圧損の増加は小さく、特に空隙率を60%とした場合には圧損の増加はゼロであった。また空隙率を50%としたものは腹水透過量が5mLにおける圧損の増加は1kg/cm<sup>2</sup>であり、空隙率を40%とすると腹水透過量が5mLにおける圧損の増加は8kg/cm<sup>2</sup>まで上昇したが、従来品に比べ十分に効果のあることが分かる。このデータからも、繊維焼結フィルタ4の空隙率を40%以上とすることで従来品に比べ目詰まりしにくくなることが分かる。なおその他のフィルタはいずれも圧損の増加が本発明に比較してはるかに大きく、従来技術として示したステンレス粉末を均一焼結した焼結フィルタ（黒丸）は、腹水透過量が3.5mLにおいて圧損の増加が既に10kg/cm<sup>2</sup>に達することが分かる。

【0015】図7は従来技術として示したステンレス鋼粉末焼結フィルタとステンレス鋼繊維焼結フィルタについて、その流量と圧力損失の相関をテストした結果を示すグラフである。操作条件は図6と同様であり、ステンレス鋼繊維焼結フィルタの空隙率は60%のものであ

4

た。その結果、黒丸で示したステンレス鋼繊維焼結フィルタに比べて、白丸で示した従来技術の粉末焼結フィルタは圧力損失が1.6倍大きいことが分かる。

【0016】図8は①ステンレス鋼粉末焼結フィルタと②ステンレス鋼繊維焼結フィルタ（空隙率60%）について、サンプル1mL処理の実験を繰り返し行うことにより上昇した圧力損失をプロットしたグラフである。アフィニティークロマトグラフィーカラムにそれぞれのフィルタを取付け、血漿サンプル1mL処理の実験を繰り返し行なった。その結果、従来品が5回で使用不能になるのに対し、本発明品はその4倍の寿命である20回まで使うことができた。

【0017】

【発明の効果】以上に説明したように、本発明の高速液体クロマトグラフィー用カラムは、エンドフィッティングフィルタとして、ステンレス鋼繊維を積層しそれを焼結圧縮成形して空隙率を40~90%とした繊維焼結フィルタを用いたので、目詰まりが生じにくく、低圧力で長時間通液することができる利点がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1の実施例を示す一部切欠正面図である。

【図2】実施例の繊維焼結フィルタを示す拡大図である。

【図3】本発明の第2の実施例を示す一部切欠正面図である。

【図4】第2の実施例の繊維焼結フィルタを示す正面図と断面図である。

【図5】本発明の第3の実施例を示す一部切欠正面図である。

【図6】各種フィルタを用いたカラムについての、腹水透過量と圧損の増加量との関係を示すグラフである。

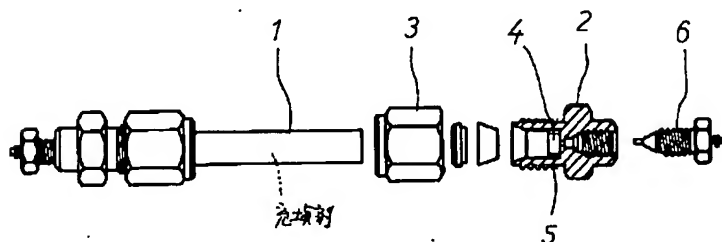
【図7】本発明品と従来品についての、流量と圧力損失の関係を示すグラフである。

【図8】本発明品と従来品についての、実験回数と圧力損失の増加量との関係を示すグラフである。

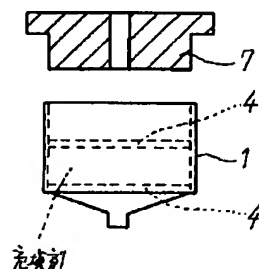
【符号の説明】

1 カラム本体、2 エンドフィッティング、4 繊維焼結フィルタ

【図1】

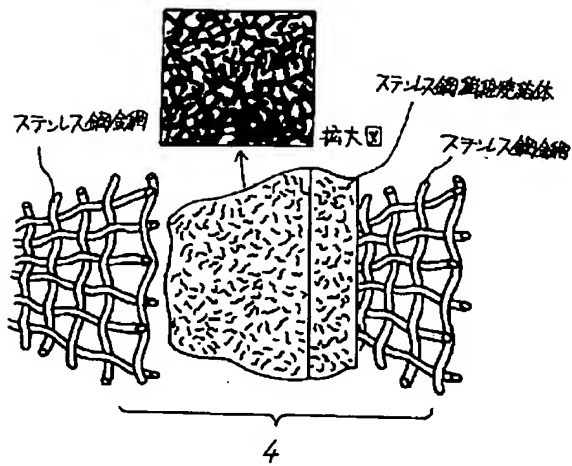


【図5】

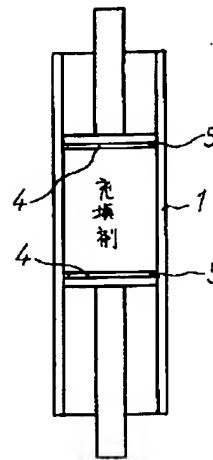




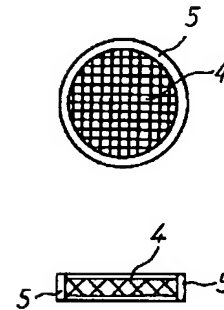
【図2】



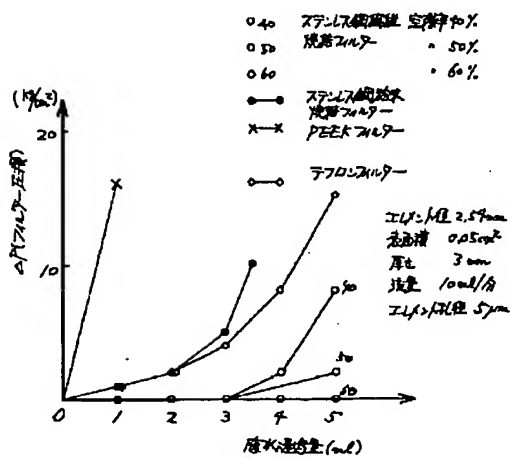
【図3】



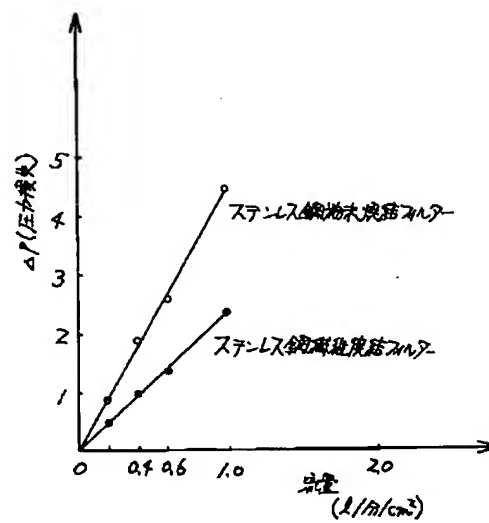
【図4】



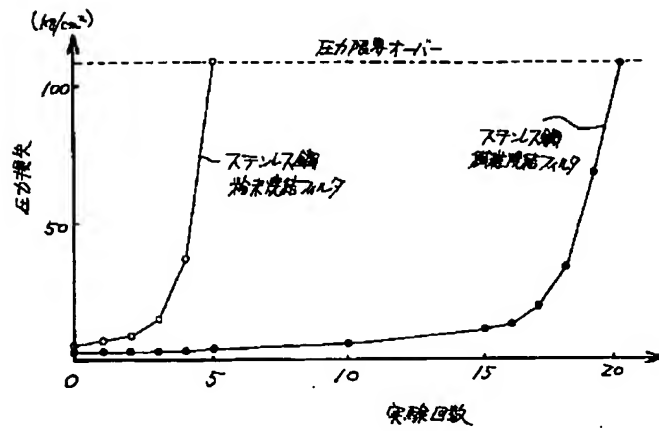
【図6】



【図7】



【図8】



フロントページの続き

(72)発明者 山田 佐一

愛知県名古屋市長瀬区須田町2番56号 日

本碍子株式会社内